



Title	FZ法によるルチル単結晶の育成
Author(s)	樋口, 幹雄; 細川, 忠利; 清水, 賢司 他
Description	6pA8
Citation	日本結晶成長学会誌, 13(1), 83 https://doi.org/10.19009/jjacg.13.1_83
Issue Date	1986-07-10
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/73402
Rights	著作権は日本結晶成長学会にある。
Type	conference paper
File Information	jacg13.1.83.pdf



秩父セメント ○樋口幹雄、細川忠利、清水賢司
無機材研 木村茂行、北村健二、井伊伸夫

(はじめに) 近年、方解石にとってかわる偏光子用の材料としてルチル(TiO_2)が注目を集めつつある。ルチルの単結晶は、従来ベルヌーイ法によって育成されてきた。しかし、光学材料として利用できる程度の高品質結晶を再現性良く育成するためにはあまり良い方法であるとはいえない。今回、我々はFZ法により高品質のルチル単結晶を育成するとともに、新たな知見を得たので報告する。

(実験) TiO_2 は高温下で Ti^{4+} と Ti^{3+} の共存により、ルチル構造に酸素欠損型の格子欠陥を整然と導入した形の $\text{Ti}_n\text{O}_{2n-1}$ という一般式で表わされるマグネリ相を生成する。従って融液からルチル単結晶を育成しようとする場合、高酸素濃度の雰囲気下で育成しなければならないという考えかたが常識であった。しかし、我々の基礎実験からは逆に、酸素分圧の低い領域でサブグレイン組織などの欠陥を含まない良質なルチル単結晶が育成できることがわかった。今回はFZ法において良質なルチル単結晶を育成する場合の酸素濃度の範囲を明らかにするために、Arと O_2 を種々の割合で混合したガスを雰囲気として使用し育成を行なった。育成装置はニチデン機械製SC-4Bを、試薬は市販の99.98%pureを用いた。育成方位はC軸とした。

(結果および考察) 酸素分圧を 3×10^{-2} から 1×10^{-3} 以下まで変化した結果、 1×10^{-2} 以下においてサブグレインの発生を抑制できることがわかった。図-1に酸素分圧がそれぞれ 3×10^{-2} と 1×10^{-3} のときの結晶内部の様子を偏光下で観察した結果を示す。酸素分圧の高い方はサブグレインが多数、複雑に入り組んでいるのに対して、低い方では周辺部を除いて中央部の領域は広く単結晶化している。このように酸素分圧の低い領域でしか単結晶化しない理由は、まだ推測の域を出ておらず、理論的な説明は難しい。おそらく酸素分圧の高い場合には、前述のマグネリ相が隣り合った組成で2相共存状態のまま固化され、低温での酸素拡散によりすべてルチル型構造に戻るが、本来別の相であったため、必然的にサブグレイン組織を含んだものとなるのではないかと考えられる。FZ法により育成したルチルは、従来のベルヌーイ法のルチルに比べて熱歪みが大幅に軽減されており、図-2のように偏光顕微鏡のコノスコープ像も一軸性結晶に典型的な像を示している。これから推定される屈折率変動は 3×10^{-6} 以内であり、ベルヌーイ法成長結晶の 8×10^{-5} の約1/30に低減されている。

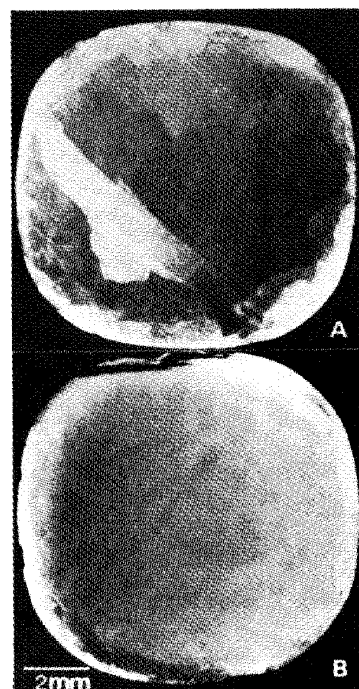


図-1. ルチル結晶内部のサブグレイン組織

(A) 酸素分圧: 3×10^{-2}
(B) 酸素分圧: 1×10^{-3}

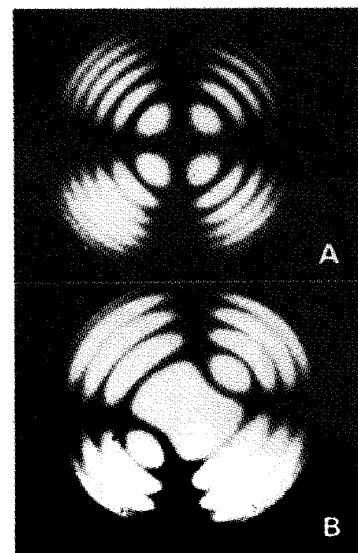


図-2. 偏光顕微鏡コノスコープ像

(A) FZ法成長結晶: 光学的一軸性結晶に典型的な像。屈折率変動は 3×10^{-6} 以内。
(B) ベルヌーイ法成長結晶: 歪みのため十文字は変形し2個に分かれ円は楕円に変形している。屈折率変動は 8×10^{-5} 。